

## PRODUCTION OF POLARIZING FILM

**Patent number:** JP7104126  
**Publication date:** 1995-04-21  
**Inventor:** YOSOMIYA RYUTOKU  
**Applicant:** KURARAY CO LTD  
**Classification:**  
- international: G02B5/30  
- european:  
**Application number:** JP19930249344 19931005  
**Priority number(s):**

### Abstract of JP7104126

**PURPOSE:** To produce the polarizing film excellent in polarizing characteristic and moisture heat resistance by subjecting a specified film to an oxidizing treatment in the oxidizing bath containing the oxidizing agent incorporated with alkali metal iodide.

**CONSTITUTION:** In the production method for the iodine-based polarizing film having >=95% polarizing degree, the film consisting of polyvinyl alcohols resin is subjected to the oxidizing treatment in the oxidizing bath containing the oxidizing agent incorporated with alkali metal iodide. In this case, the polyvinyl alcohols resin and the alkalin metal iodide are dissolved respectively in the same solvent, and it is better to use water, org. solvent or the mixed solvent of the water and the org. solvent as the solvent to be used. Dimethylsulfoxide, glicerin, ethylene glycol, propylene glycol, etc., can be used as the org. solvent. Moreover, potassium iodide, sodium iodide, lithium iodide, etc., are used as the alkali metal iodide.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

## [Detailed Description of the Invention]

0001]

[Industrial Application] This invention relates to the manufacture approach of the polarization film of the high performance excellent in resistance to moist heat.

0002]

[Description of the Prior Art] The liquid crystal display is used abundantly at a word processor, a personal computer, electrochromatic display television, etc. In recent years, it is being used by the liquid crystal display more often under the conditions of heat and high humidity as the object for mount, or an object for the outdoors. In order to raise the dependability under the elevated-temperature many wet atmospheres of a liquid crystal display, the high polarization film of resistance to moist heat is demanded strongly. Moreover, recently, monochrome display or color display of a liquid crystal display component is becoming general. Since it corresponds to such a display, while excelling in resistance to moist heat, the high polarization film of permeability and degree of polarization is demanded. Conventionally, a polarization film makes iodine or dichromatic dye stick to the polarization film base material film which carried out drawing orientation, and is produced. On a polarization film, it is optically transparent to both sides, and it is common to use a film without an anisotropy as a protective coat. The triacetate film (triacetyl cellulose film) is used as a protective coat. Generally as a base material film of a polarizer, the polyvinyl alcohol system polymer is used. The general way of making of an iodine system polarization film has the common technique of stretching the protection film which consists of a triacetate film to both sides of a polarizer, after processing in the fixed water solution which iodine is made to stick to the extended polyvinyl alcohol system film, and contains a boric acid. The method of making dichromatic dye stick to an uniaxial stretched film as a general process of a color system polarization film is used. In this case, as a high polymer film used, the polyvinyl alcohol system film is used suitably. The polarization film to which iodine was made to stick is most excellent in respect of permeability and degree of polarization, and, most generally as a polarization film, is used especially for the polyvinyl alcohol system film.

0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] A polyvinyl alcohol system polarization film has the trouble that resistance to moist heat is bad. For example, when the resistance to moist heat under the ambient atmosphere of 80 degrees C and 90% relative humidity (RH) was examined with the polarization film to which iodine was made to stick, and the polarization film was installed in the condition of a cross Nicol's prism and it observed on condition that the above (99.9% of degree of polarization) (what protected both sides of a polarizer with the triacetate film), degree of polarization fell to 75% in 100 hours, and degree of polarization fell to 0.8% in 250 more hours. As shown in the above-mentioned result, the resistance to moist heat of the conventional polarization film was very scarce. Various approaches are proposed in order to raise the resistance to moist heat of a polarization film. Although there was a method of installing a protective layer with low moisture permeability, such as polyester and polymethylmethacrylate system resin, on a triacetate film, light transmission fell and there was a practical trouble of an

interference fringe occurring. This invention solves such a trouble and it aims at offering the polarization film excellent in a polarization property and resistance to moist heat.

0004]

Means for Solving the Problem] this invention person reached header this invention in the manufacture approach of the iodine system polarization film of 95% or more of degree of polarization characterized by oxidizing in the oxidation bath containing the oxidizer which made the iodide of alkali metal contain the film which consists of polyvinyl alcohol system resin, as a result of inquiring wholeheartedly, in order to solve the above-mentioned problem.

0005] The manufacture approach of the polarization film of this invention is shown more concretely below. As for the average degree of polymerization of polyvinyl alcohol system resin, 1500~4000 are desirable, more than 85 mol % of whenever [ saponification ] is desirable, and more than its 95 mol % is more desirable. Next, the iodide of polyvinyl alcohol system resin and alkali metal is both dissolved in the same solvent. In this case, as a solvent used, it is good to use the mixed solvent of water, an organic solvent, or a water and an organic solvent. As an organic solvent, dimethyl sulfoxide, a glycerol, ethylene glycol, propylene glycol, etc. can be used. The concentration of polyvinyl alcohol is good to consider as 3~30 % of the weight preferably one to 50% of the weight to a solvent. The concentration of the alkali metal in which it is made to dissolve is good to consider as 1~15 % of the weight preferably 0.5 to 20% of the weight to polyvinyl alcohol. As polyvinyl alcohol system resin in this invention, they are polyvinyl alcohol, a polyvinyl formal, a polyvinyl acetal, a polyvinyl butyral, an ethylene-vinylacetate copolymer saponification object, etc. Especially being used preferably is polyvinyl alcohol.

0006] As an iodide of the alkali metal used in this invention, potassium iodide, a sodium iodide, a lithium iodide, etc. are used. After dissolving the iodide of polyvinyl alcohol system resin and alkali metal in the same solvent in this invention, the film of the polyvinyl alcohol in which the iodide of alkali metal was dissolved is obtained by performing cast film production. It is oxidized and iodine, such as I<sub>3</sub>~ and I<sub>5</sub>~, is made to generate in the film of polyvinyl alcohol by immersing the obtained film during the oxidation bath containing oxidizers, such as a hydrogen peroxide. In this invention, selection of oxidation conditions is the most important. That is, when strong acid, such as a sulfuric acid or a hydrochloric acid, is added during an oxidation bath and it considers as strong acid nature, as a result of becoming extent which cannot control oxidizing velocity early, the light transmission of the polyvinyl alcohol film in the condition of having been dyed by the iodine obtained falls remarkably, and it is in the inclination for a film available as a polarization film not to be obtained. Since degree of polarization's of a polarization film controlling to ~9 improves, the hydrogen ion concentration index under oxidation bath in this invention (PH) is desirable. If PH is lower than 3, control of an oxidation rate will become difficult and a powerful polarization film will not be obtained in many cases. When PH is higher than 9, an oxidation rate becomes remarkably slow and there is an inclination for the polarizability of a polarization film to fall.

0007] Moreover, as for the temperature of an oxidation bath, it is preferably desirable that it is 15 degrees C or less 25 degrees C or less. By lowering the temperature of an oxidation bath, since the simple substance permeability and degree of polarization of a polarization film can be raised, it is good. Although accuracy does not understand the reason which the engine performance of a polarization film goes up by lowering temperature, since the iodine molecule which fits a polarization film by making it react on milder conditions can be made to generate, it is thought that it is good. A mild oxidizer is the optimal like a hydrogen peroxide as an oxidizer.

0008] Thus, the original fabric film of the polyvinyl alcohol dyed with the obtained iodine is preferably extended 3 to 5 times two to 6 times underwater or in air. It is good to process in the solution which contains a cross linking agent, holding turgescence after extending. In this case, as a cross linking agent to be used, a way acid, way sand, a titanium compound, a zirconium compound, etc. are used. It is good for a cross linking agent to perform bridge formation processing temperature at the temperature of 20~10 degrees C. A protective layer is formed in one side or both sides of a polarization film which were acquired, and a polarization film is obtained. Bright films, such as a triacetyl cellulose film, can be used as protection film. About oxidation-treatment time amount, when temperature is 15~25 degrees C, below

for 30 seconds is desirable, when temperature is 0~10 degrees C, the above for 1 minute is desirable and the above for 2 minutes is more desirable.

[0009]

[Example] In an example, this invention is further explained to a detail below.

[0010] 99.7-mol % of polyvinyl alcohol was dissolved at 5% of the weight of a rate to water example 1 degree of polymerization 1700 and whenever [ saponification ]. The dissolution was performed on 80-degree C conditions. After cooling temperature to a room temperature, the lithium iodide was added and it was made to dissolve at 10% of the weight of a rate to polyvinyl alcohol. The cast of this solution was carried out on the film of polyethylene terephthalate, and the film of the polyvinyl alcohol containing the lithium iodide whose thickness is 70 micrometers was obtained. Heat treatment was performed for this film for 10 minutes at 120 degrees C. This film was immersed for 3 minutes in the temperature of 0 degree C into 10% of the weight of the hydrogen-peroxide-solution solution (PH6.4), and oxidation treatment was carried out. Then, 0-degree C water washed this film. Then, after being immersed for 30 seconds into 50 degrees C and 5% of the weight of a borated water solution, in underwater, the drawing was performed 4 times. It was immersed in the 50-degree C water solution containing 10 % of the weight of ray acids for 4 minutes, holding this film to turgescence. The polarization film was obtained by drying for 5 minutes at 40 degrees C after this. The polarization film was obtained by using polyvinyl alcohol system adhesives and pasting up a triacetyl cellulose film with a thickness of 80 micrometers on both sides of this polarization film. The permeability and degree of polarization of this polarization film were measured. Simple substance permeability was 40% and degree of polarization was 99.9% (when it installed in the condition of a cross Nicol's prism, the permeability in a perpendicular direction was 0.05% or less.). Permeability was measured according to the JEOL industrial world specification (LD-201) (it computed from the spectral transmittance measured every 10nm in the 400nm ~ 700nm wavelength region). Degree of polarization is the value calculated from the following formula.

Degree-of-polarization (%) =  $(H_1 - H_2) / (H_1 + H_2) \times 100$ : Parallel permeability (permeability at the time of taking it the direction of orientation of the polarization film of two sheets become in the same direction)

H2: Vertical permeability (permeability when the direction of orientation of the polarization film of two sheets goes direct)

The resistance to moist heat of this polarization film (setting in the condition of having pasted up the triacetate film on both sides) was measured in 80 degrees C and the ambient atmosphere of 90%RH. The result is shown in drawing 1. As compared with the conventional polarization film, resistance to moist heat of the polarization film of this invention was improving substantially.

[0011] The 99.7-mol polyvinyl alcohol [% of ] 10 section was dissolved in the water 90 section example of comparison 1 degree of polymerization 1700, and whenever [ saponification ], and the solution whose polyvinyl alcohol concentration is 10 % of the weight was obtained. This solution was dried after casting it to a polyethylene terephthalate film, and the original fabric film of the polyvinyl alcohol whose thickness is 70 micrometers was obtained. This original fabric film was immersed underwater and the drawing was performed 4 times. It was immersed in the water solution which consists of 0.5 % of the weight of iodine, and 5 % of the weight of potassium iodide, holding this film to turgescence furthermore, and iodine was made to adsorb. Furthermore, the 50-degree C water solution which consists of 10 % of the weight of ray acids and 10 % of the weight of potassium iodide performed bridge formation processing for 5 minutes. This bridge formation processing was performed by turgescence. It dried for 5 minutes at 40 degrees C after this. The triacetyl cellulose film (the Fuji Photo Film make, FUJITAKKU) was pasted up on both sides of this polarization film using polyvinyl alcohol system adhesives like the example 1. Thus, the polarization film was obtained. The simple substance permeability of this polarization film was 41%, and degree of polarization was 99.9%. The resistance to moist heat of this polarization film was measured in 80 degrees C and the ambient atmosphere of 90%RH. The result is shown in drawing 1.

[0012] 99.7-mol % of polyvinyl alcohol was dissolved at 5% of the weight of a rate to water example 2 degree of polymerization 1700 and whenever [ saponification ]. The dissolution was performed on 80-degree C conditions. After cooling temperature to a room temperature, potassium iodide was added and it

was made to dissolve at 10% of the weight of a rate to polyvinyl alcohol. The cast of this solution was carried out on the film of polyethylene terephthalate, and the film of the polyvinyl alcohol containing the potassium iodide whose thickness is 70 micrometers was obtained. Heat treatment was performed for this film for 10 minutes at 120 degrees C. In the temperature of 0 degree C, in 10% of the weight of the hydrogen-peroxide-solution solution (PH6.0), fixed time amount (shown in drawing 2) immersion was carried out, and this film was oxidized. Then, 0-degree C water washed this film. Then, after being immersed for 30 seconds into 50 degrees C and 5% of the weight of a borated water solution, in underwater, the drawing was performed 4 times. It was immersed in the 50-degree C water solution containing 10 % of the weight of way acids for 4 minutes, holding this film to turgescence. The polarization film was obtained by drying for 5 minutes at 40 degrees C after this. The polarization film was obtained by using polyvinyl alcohol system adhesives and pasting up a triacetyl cellulose film with a thickness of 30 micrometers on both sides of this polarization film. The relation between the degree of polarization of this polarization film and oxidation time amount is shown in drawing 2. The polarization film which has high degree of polarization was able to be obtained by making oxidation time amount into 30 seconds or more.

[0013] It experimented like the example 2 except having made into 25 degrees C temperature which oxidizes example 3. The result is shown in drawing 2. Degree of polarization fell greatly as oxidation time amount increased, when oxidation temperature was made into 25 degrees C. It originated in a polarization film coloring greatly the reason to which degree of polarization fell greatly. When oxidation temperature is raised, in order to obtain a good polarization film, oxidation time amount needed to be controlled for a short time.

[0014]

**Effect of the Invention]** According to this invention, the polarization film excellent in resistance to moist heat is offered.

---

Translation done.]

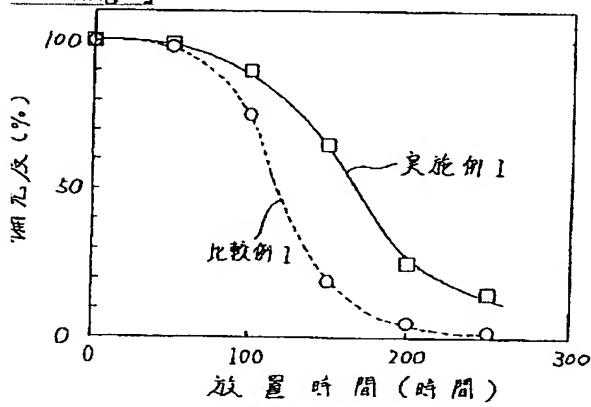
## \* NOTICES \*

IPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

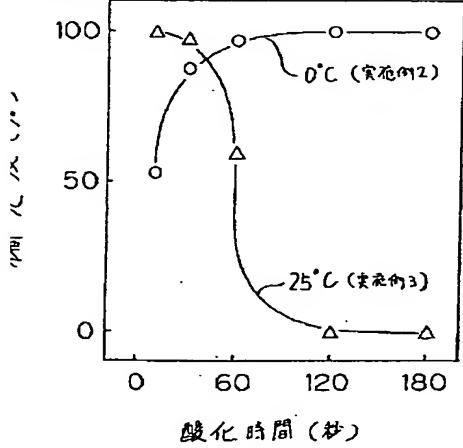
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DRAWINGS

Drawing 1]



Drawing 2]



Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## Claim(s)]

Claim 1] The manufacture approach of the iodine system polarization film of 95% or more of degree of polarization characterized by oxidizing in the oxidation bath containing the oxidizer which made the iodide of alkali metal contain the film which consists of polyvinyl alcohol system resin.

---

Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-104126

(43)公開日 平成7年(1995)4月21日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

G 0 2 B 5/30

識別記号

庁内整理番号

9018-2K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 OL (全4頁)

(21)出願番号	特願平5-249344	(71)出願人 000001085 株式会社クラレ 岡山県倉敷市酒津1621番地
(22)出願日	平成5年(1993)10月5日	(72)発明者 四十宮 龍徳 千葉県船橋市前貝塚町270-27

(54)【発明の名称】 偏光フィルムの製造方法

(57)【要約】

【構成】 ポリビニルアルコール系樹脂よりなるフィルムをアルカリ金属のヨウ化物を含有させた酸化剤を含む酸化浴中で酸化処理することを特徴とする偏光度95%以上のヨウ素系偏光フィルムの製造方法。

【効果】 本発明によると、耐湿熱性に優れた高性能の偏光フィルムが得られる。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリビニルアルコール系樹脂よりなるフィルムをアルカリ金属のヨウ化物を含有させた酸化剤を含む酸化浴中で酸化処理することを特徴とする偏光度95%以上のヨウ素系偏光フィルムの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は耐湿熱性に優れた高性能の偏光フィルムの製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 液晶表示装置はワードプロセッサー、パソコンコンピューター、カラー液晶テレビ等に多用されている。近年、液晶表示装置は車載用や野外用として高温多湿の条件下で使用されることが多くなって来ている。液晶表示装置の高温多湿雰囲気下における信頼性を向上させるために、耐湿熱性の高い偏光フィルムが強く要望されている。また最近では液晶表示素子の白黒表示あるいはカラー表示が一般的になりつつある。このような表示に対応するために、耐湿熱性に優れると同時に透過率および偏光度の高い偏光フィルムが要望されている。従来、偏光フィルムは、延伸配向した偏光膜基材フィルムにヨウ素または二色性染料を吸着させて作製されている。偏光フィルムには両面に光学的に透明で異方性の無いフィルムを保護膜として使用するのが一般的である。保護膜としてはトリアセテートフィルム(トリアセチルセルロースフィルム)が用いられている。偏光子の基材フィルムとしてはポリビニルアルコール系重合体が一般的に使用されている。ヨウ素系偏光フィルムの一般的な作り方は延伸したポリビニルアルコール系フィルムにヨウ素を吸着させ、ホウ酸を含む固定水溶液で処理した後、偏光子の両面にトリアセテートフィルムからなる保護フィルムを張り合せるという手法が一般的である。染料系偏光フィルムの一般的な製法としては一軸延伸フィルムに二色性染料を吸着させる方法が使用されている。この場合に使用される高分子フィルムとしてはポリビニルアルコール系フィルムが好適に用いられている。特にポリビニルアルコール系フィルムにヨウ素を吸着させた偏光フィルムが透過率および偏光度の点で最も優れており、偏光フィルムとして最も一般的に使用されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ポリビニルアルコール系偏光フィルムは耐湿熱性が悪いという問題点がある。例えば、80℃、90%相対湿度(RH)の雰囲気下における耐湿熱性をヨウ素を吸着させた偏光フィルムで試験した場合(偏光子の両面をトリアセテートフィルムで保護したもの)、偏光フィルムをクロスニコルの状態に設置し(偏光度9.9%)上記の条件で観察を行なったところ、100時間で偏光度が7.5%まで低下し、さらに250時間で偏光度が0.8%まで低下した。上記

50

の結果において示されるように従来の偏光フィルムの耐湿熱性は極めて乏しかった。偏光フィルムの耐湿熱性を向上させるために、種々の方法が提案されている。ポリエステルやポリメチルメタクリレート系樹脂等の水分透過率の低い保護層をトリアセテートフィルムの上に設置する方法があるが、光線透過率が低下したり、干渉縞が発生する等の実用上の問題点があった。本発明はこのような問題点を解決し、偏光特性および耐湿熱性に優れた偏光フィルムを提供することを目的とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者は上記の問題を解決するために銳意検討した結果、ポリビニルアルコール系樹脂よりなるフィルムをアルカリ金属のヨウ化物を含有させた酸化剤を含む酸化浴中で酸化処理することを特徴とする偏光度95%以上のヨウ素系偏光フィルムの製造方法を見出し本発明に到達した。

【0005】 以下において、本発明の偏光フィルムの製造方法をより具体的に示す。ポリビニルアルコール系樹脂の平均重合度は1500~4000が好ましく、ケン化度は85モル%以上が好ましく、95モル%以上がより好ましい。次にポリビニルアルコール系樹脂とアルカリ金属のヨウ化物とともに同じ溶媒に溶解させる。この場合に使用される溶媒としては、水、有機溶媒あるいは水と有機溶媒との混合溶媒を用いるのが良い。有機溶媒としてはジメチルスルホキシド、グリセリン、エチレンギリコール、プロピレングリコール等を使用することができる。ポリビニルアルコールの濃度は溶媒に対して1~50重量%、好ましくは3~30重量%とするのが良い。溶解させるアルカリ金属の濃度はポリビニルアルコールに対して0.5~20重量%、好ましくは1~15重量%とするのが良い。本発明におけるポリビニルアルコール系樹脂としては例えばポリビニルアルコール、ポリビニルホルマール、ポリビニルアセタル、ポリビニルブチラール、エチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物等である。特に好ましく用いられるのはポリビニルアルコールである。

【0006】 本発明において用いられるアルカリ金属のヨウ化物としてはヨウ化カリウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化リチウム等が用いられる。本発明においてはポリビニルアルコール系樹脂とアルカリ金属のヨウ化物を同じ溶媒に溶解させた後にキャスト製膜を行なうことによりアルカリ金属のヨウ化物を溶解させたポリビニルアルコールのフィルムを得る。得られたフィルムを過酸化水素等の酸化剤を含む酸化浴中に浸漬することにより、酸化処理されて、 $I_3^-$ 、 $I_5^-$ 等のヨウ素をポリビニルアルコールのフィルム中に生成させる。本発明においては酸化条件の選定が最も重要である。すなわち酸化浴中に硫酸あるいは塩酸等の強酸を添加し、強酸性とした場合には酸化速度が制御できない程度に早くなる結果、得られるヨウ素で染色された状態のポリビニルアルコールフィ

ルムの光線透過率が著しく低下し、偏光フィルムとして利用可能なフィルムが得られない傾向にある。本発明における酸化浴中の水素イオン濃度指数(PH)は3~9に制御することが偏光フィルムの偏光度が向上するので好ましい。PHが3より低いと酸化速度の制御が困難となり性能の良い偏光フィルムは得られないことが多い。PHが9より高い場合には酸化速度が著しく遅くなり偏光フィルムの偏光性能が低下する傾向がある。

【0007】また酸化浴の温度は25℃以下、好ましくは15℃以下であることが好ましい。酸化浴の温度を下げるることによって、偏光フィルムの単体透過率および偏光度を上げることができるので良い。温度を下げることにより偏光フィルムの性能が上がる理由は正確には解らないが、より温和な条件で反応させる事により偏光フィルムに適するヨウ素分子を生成させることができるので良いと思われる。酸化剤としては過酸化水素のように温和な酸化剤が最適である。

【0008】このようにして得られたヨウ素で染色されたポリビニルアルコールの原反フィルムを水中あるいは空气中において、2~6倍、好ましくは3~5倍に延伸する。延伸を行なった後に緊張状態を保持したまま架橋剤を含む溶液中で処理を行なうのが良い。この場合に使用する架橋剤としては、ほう酸、ほう砂、チタン化合物、ジルコニウム化合物等が用いられる。架橋剤により架橋処理温度は20~110℃の温度で行なうのが良い。得られた偏光フィルムの片面あるいは両面に保護層を形成して偏光フィルムを得る。保護フィルムとしてはトリアセチルセルロースフィルム等の透明フィルムを用いることができる。酸化処理時間については、温度が15~25℃の場合には、30秒間以下が好ましく、温度が0~10℃の場合には、1分間以上が好ましく、2分間以上がより好ましい。

#### 【0009】

【実施例】以下実施例において本発明をさらに詳細に説明する。

#### 【0010】実施例1

重合度1700、ケン化度99.7モル%のポリビニルアルコールを水に対して5重量%の割合で溶解させた。溶解は80℃の条件で行なった。温度を室温まで冷却した後、ポリビニルアルコールに対して10重量%の割合でヨウ化リチウムを添加し溶解させた。この溶液をポリエチレンテレフタートのフィルムの上にキャストし、厚さが70μmのヨウ化リチウムを含むポリビニルアルコールのフィルムを得た。このフィルムを120℃で10分間熱処理を行なった。このフィルムを0℃の温度において、10重量%の過酸化水素水溶液(PH6.4)中に3分間浸漬して酸化処理をした。その後、0℃の水で、このフィルムを洗浄した。続いて50℃、5重量%のほう酸水溶液中に30秒間浸漬した後、水中において4倍延伸を行なった。このフィルムを緊張状態に保持した

10

20

30

40

50

まま、ほう酸10重量%を含む50℃の水溶液に4分間浸漬した。この後40℃で5分間乾燥することにより、偏光フィルムを得た。この偏光フィルムの両面に厚さ80μmのトリアセチルセルロースフィルムをポリビニルアルコール系接着剤を用いて接着することにより、偏光フィルムを得た。この偏光フィルムの透過率と偏光度を測定した。単体透過率は40%、偏光度は99.9%であった(クロスニコルの状態に設置した場合垂直方向における透過率は0.05%以下であった。透過率は日本電子工業規格(LD-201)に準じて測定した(400nm~700nmの波長域において10nm毎に測定した分光透過率から算出した)。偏光度は下記の式より求めた値である。

$$\text{偏光度}(\%) = (H_1 - H_2) / (H_1 + H_2) \times 100$$

H<sub>1</sub>: 平行透過率(2枚の偏光フィルムの配向方向が同一方向になるようにした場合の透過率)

H<sub>2</sub>: 垂直透過率(2枚の偏光フィルムの配向方向が直行した場合の透過率)

この偏光フィルム(両面にトリアセテートフィルムを接着した状態において)の耐湿熱性を80℃、90%RHの雰囲気において測定した。その結果を図1に示す。従来の偏光フィルムと比較し本発明の偏光フィルムは耐湿熱性が大幅に向上していた。

#### 【0011】比較例1

重合度1700、ケン化度99.7モル%のポリビニルアルコール10部を水90部に溶解し、ポリビニルアルコール濃度が10重量%の溶液を得た。この溶液をポリエチレンテレフタートフィルムに流延後乾燥し、膜厚が70μmのポリビニルアルコールの原反フィルムを得た。この原反フィルムを水中に浸漬し4倍延伸を行なった。さらにこのフィルムを緊張状態に保持したまま、ヨウ素0.5重量%、ヨウ化カリウム5重量%からなる水溶液に浸漬しヨウ素を吸着させた。さらに、ほう酸10重量%、ヨウ化カリウム10重量%からなる50℃の水溶液で5分間架橋処理を行なった。この架橋処理は緊張状態で行なった。この後40℃で5分間乾燥した。この偏光フィルムの両面に実施例1と同様にしてポリビニルアルコール系接着剤を用いてトリアセチルセルロースフィルム(富士写真フィルム製、フジタック)を接着した。このようにして偏光フィルムを得た。この偏光フィルムの単体透過率は41%、偏光度は99.9%であった。この偏光フィルムの耐湿熱性を80℃、90%RHの雰囲気において測定した。その結果を図1に示す。

#### 【0012】実施例2

重合度1700、ケン化度99.7モル%のポリビニルアルコールを水に対して5重量%の割合で溶解させた。溶解は80℃の条件で行なった。温度を室温まで冷却した後にポリビニルアルコールに対して10重量%の割合でヨウ化カリウムを添加し、溶解させた。この溶液をポリエチレンテレフタートのフィルム上にキャストし、

厚さが $70\mu\text{m}$ のヨウ化カリウムを含むポリビニルアルコールのフィルムを得た。このフィルムを $120^\circ\text{C}$ で10分間熱処理を行なった。このフィルムを $0^\circ\text{C}$ の温度において、10重量%の過酸化水素水溶液(PH 6.0)中に一定時間(図2に示す)浸漬して酸化処理した。この後、 $0^\circ\text{C}$ の水で、このフィルムを洗净した。続いて $50^\circ\text{C}$ 、5重量%のほう酸水溶液中に30秒間浸漬した後、水中において4倍延伸を行なった。この膜を緊張状態に保持したまま、ほう酸10重量%を含む $50^\circ\text{C}$ の水溶液に4分間浸漬した。この後 $40^\circ\text{C}$ で5分間乾燥することにより、偏光フィルムを得た。この偏光フィルムの両面に厚さ $80\mu\text{m}$ のトリアセチルセルロースフィルムをポリビニルアルコール系接着剤を用いて接着することによって偏光フィルムを得た。この偏光フィルムの偏光度と酸化時間との関係を図2に示す。酸化時間を30秒以上にすることによって高い偏光度を有する偏光フィルムを得ることができた。

## 【0013】実施例3

酸化する温度を $25^\circ\text{C}$ としたこと以外は、実施例2と同様にして実験を行なった。その結果を図2に示す。酸化温度を $25^\circ\text{C}$ にした場合には酸化時間が増大するにつれて偏光度が大きく低下した。偏光度が大きく低下した理由は偏光フィルムが大きく着色することに起因していた。酸化温度を上げた場合には良好な偏光フィルムを得るために、酸化時間を短時間に制御する必要があった。

## 【0014】

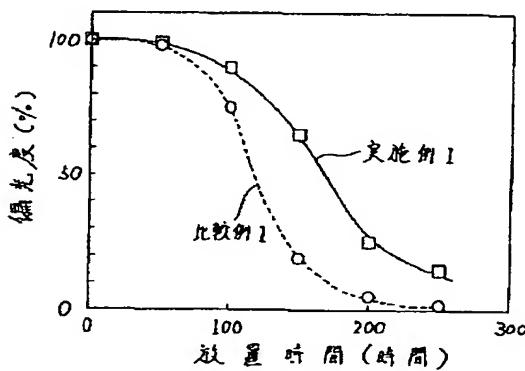
【発明の効果】本発明によると、耐湿熱性に優れた偏光フィルムが提供される。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1(□)および比較例1(○)についての耐湿熱性を示す。

【図2】実施例2(○)および実施例3(△)についての酸化時間と偏光度の関係を示す。

【図1】



【図2】

